LC/MS Application News No.80

直接注入による血漿中フルタミドの迅速分析

血漿中の医薬品分析は、試料中のタンパクの除去が必要であり、有機溶媒による沈殿法や固相抽出法が従来使用されていました。しかし、これらの試料前処理法は手間のかかる方法であり、前処理も含めた迅速化を追求したハイスループットテクニックの需要が近年では高まっています。ハイスループットテクニックとしては96well plate対応の固相抽出を用いたオフラインの方法、カラムスイッチングを用いた直接分析法、さらには一本のカラムでの直接分析法が用いられています。その中でも一本のカラムで直接試料を注入して分析する手法は安価でシンプルな方法であり、報告例も増えています。この手法で使用するカラムは一般的にマルチモードカラムでサイズ排除モード、分配モード、イオン交換モードを利用して血漿中のタンパクを除去後、目的の医薬品を分離分析することが可能です。そこで、血漿中の抗腫瘍剤であるフルタミドの迅速分析法に直接注入によるLC/MS法を用いた例を紹介します。Fig.1にはフルタミド標準液でのTIC及びマススペクトルを示しましたが、フルタミドはプロトンが脱離した擬分子イオンのみが観察されました。従って、SIMモードではこのイオンをモニターイオンにしました。Fig.2,3には標準液と血漿中フルタミドのSIMクロマトグラムを示しましたが、10,1ng/ml共に標準溶液と比較してマトリックスの影響もなく検出することが可能でした。また添加量に対する誤差は5%以内と良好でした。今回の分析でカラムのコンディショニングも含めて一検体あたりの分析時間は5分でした。

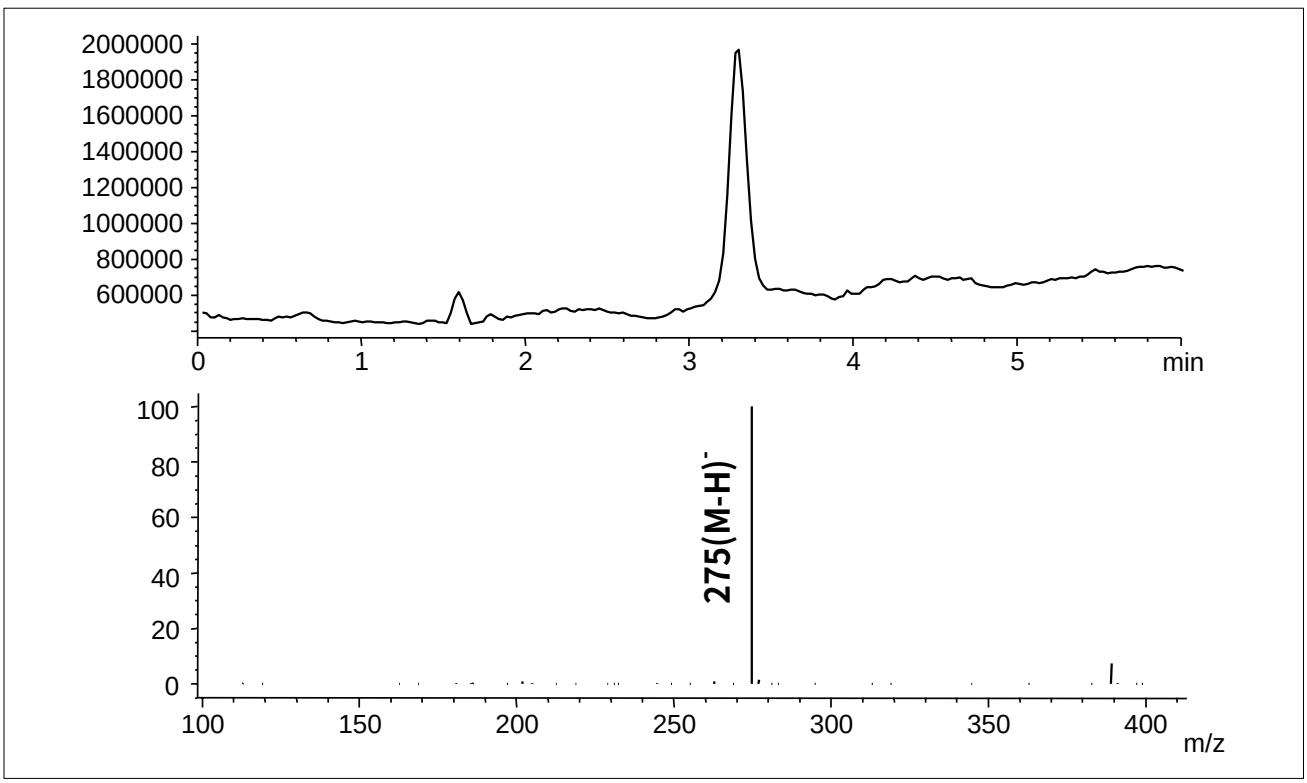

Fig.1 Total ion chromatogram and Mass Spectra of Flutamide（1μg/ml）

Agilent Technologies

TI 16B2G1-080
2001.9 発行

Table 1　HPLC and MS conditions

HPLC		MS	
Instrument	: Agilent 1100	Instrument	: Agilent 1100MSD SL
Column	: Maspack GS 320 4B(50mm, 4.6mm, 5um)	Mass range	: m/z 100 ～ 500
Mobile phase A	: CH_3CN	Ionization	: Electrospray
Mobile phase B	20mM CH_3COONH_4	Fragmentor	: 100V
	A / B = 10/90 －(4min)－ 90/10	Nebulizer	: N_2 (60 psi)
Flow rate	: 1.0 ml/min	Drying gas	: N_2 (12 L/min, 350 ℃)
Oven temp.	: 40 ℃	Mode	: Negative
Injection volume	: 10 μ l	SIM ions	: m/z = 275

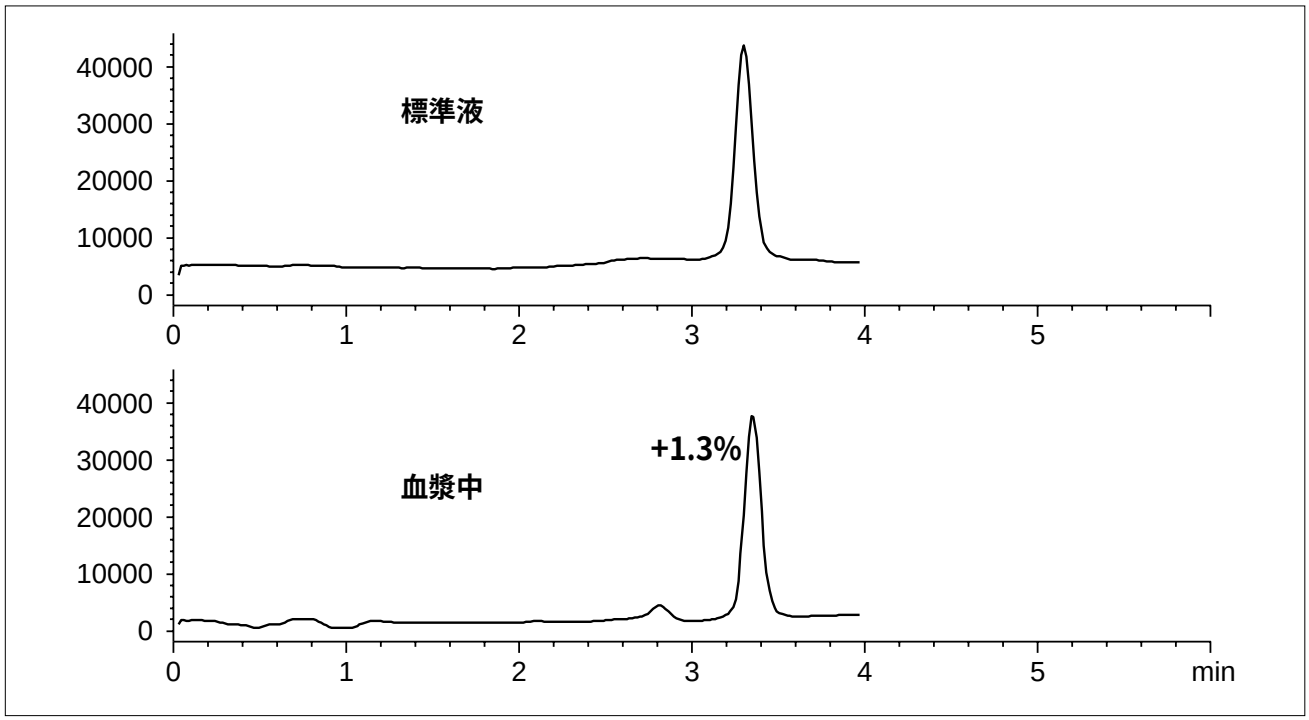

Fig.2　SIM chromatogram of Flutamide（10ng/ml）

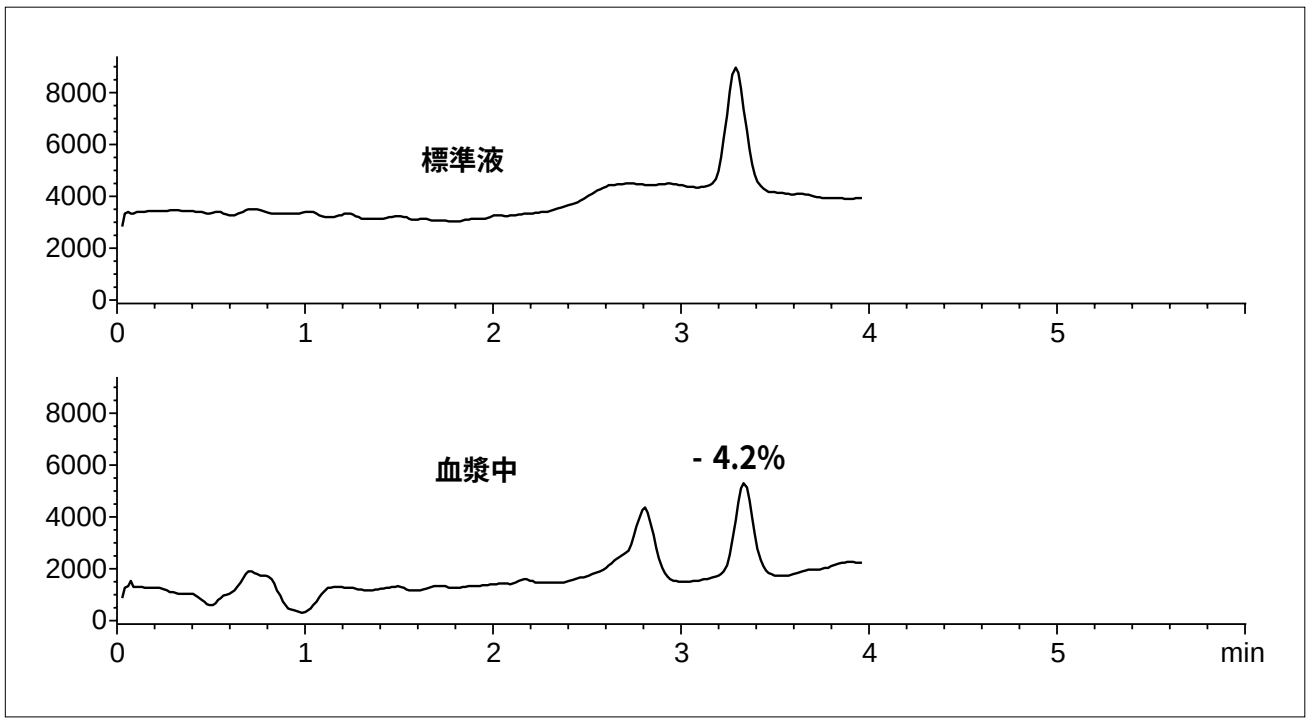

Fig.3　SIM chromatogram of Flutamide（1ng/ml）

本書の一部または全部を無断複製することは禁止されています。　〔記載内容は、お断りなく変更することがあります。また記載内容は検収条件ではありません。〕